

HARD CARBONACEOUS FILM AND HARD CARBONACEOUS SUBSTRATE

Patent number: JP11292692
Publication date: 1999-10-26
Inventor: FUJII SATORU; SEKI YUICHIRO; TANABE KEIICHIRO;
HIGAKI KENJIRO; NAKAHATA HIDEAKI; YOSHIDA
KENTARO; SHIKADA SHINICHI
Applicant: SUMITOMO ELECTRIC IND LTD
Classification:
- international: C30B29/04
- european:
Application number: JP19980094868 19980407
Priority number(s):

Report a data error here

Abstract of JP11292692

PROBLEM TO BE SOLVED: To easily obtain a carbonaceous film without deteriorating its quality to such an extent as to substantially affect the important characteristics of relevant devices, by including crystalline diamond and highly oriented, thermally decomposed carbonaceous film or crystalline carbon.

SOLUTION: This carbonaceous film is obtained by including crystalline diamond and highly oriented, thermally decomposed carbonaceous film or crystalline carbon so that the latter component account for pref. 5-20 mol.% of the final carbonaceous film. For the proportion of the highly oriented, thermally decomposed carbon to be included, it is preferable that, in Raman spectroscopy using a Laser wavelength of 5,145 Å, when the peak for the crystalline diamond is at $1,332.5 \text{ cm}^{-1}$, the integral interval for its integral intensity I_d is set as the peak intensity $\pm 5 \text{ cm}^{-1}$, and the peak intensity I_c for the thermally decomposed carbon is at $1,581 \text{ cm}^{-1}$ and the integral interval for its integral intensity is set as $1,530\text{-}1,600 \text{ cm}^{-1}$, I_c/I_d is ≤ 10 (more pref. 4-6). When this carbonaceous film is used as a surface acoustic wave device substrate, the film presents a characteristic of low propagation loss.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Patent Abstracts of Japan

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-292692

(43) 公開日 平成11年(1999)10月26日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 3 0 B 29/04

C 3 0 B 29/04

P

// C 2 3 C 16/26

C 2 3 C 16/26

審査請求 有 請求項の数11 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願平10-94868

(22) 出願日 平成10年(1998)4月7日

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者 藤井 知

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
電気工業株式会社伊丹製作所内

(72) 発明者 関 裕一郎

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
電気工業株式会社伊丹製作所内

(72) 発明者 田辺 敬一郎

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
電気工業株式会社伊丹製作所内

(74) 代理人 弁理士 長谷川 芳樹 (外6名)

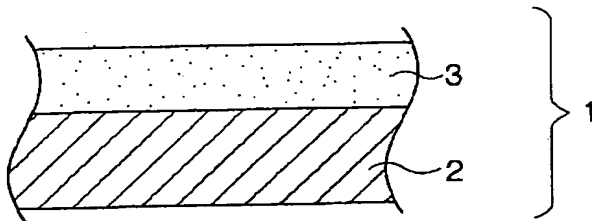
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 硬質炭素膜および硬質炭素基板

(57) 【要約】

【課題】 デバイスの重要な特性に実質的に影響を与える程度には品質を低下させることなく、しかも製造容易（ないし低製造コスト）な硬質炭素膜ないし硬質炭素基板を提供する。

【解決手段】 結晶質ダイヤモンドと、硬質炭素とを少なくとも含む硬質炭素膜を形成する。該硬質炭素膜は、そのX線回折において結晶質ダイヤモンドに対応するピークを与え、且つラマン分光分析において1333cm⁻¹付近のピーク強度(I_d)に対する、その他sp²構造に対応するピーク強度の積分値の強度比(I_c)の強度比(I_d/I_c)が1以下である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 結晶質ダイヤモンドと、高配向熱炭素 (Highly Oriented Pyrolytic Graphite) 膜または結晶性炭素とを含むことを特徴とする硬質炭素膜。

【請求項2】 前記高配向熱炭素もしくは結晶性炭素を5~20%の割合で含む請求項1記載の硬質炭素膜。

【請求項3】 前記熱炭素が含まれる割合が、ラマン分光分析において、レーザ波長5145オングストローム (Å) を使い、結晶質ダイヤモンドのピークは1332.5 cm⁻¹、その積分強度 (I_d) の積分区間をピーク強度±5 cm⁻¹ とし、熱炭素のピーク強度 (I_c) 1581 cm⁻¹ であり、その積分強度の積分区間を1530~1600 cm⁻¹ とした場合において、I_c/I_dとして10以下である請求項1記載の硬質炭素膜。

【請求項4】 前記I_c/I_dの比が4~6である請求項3記載の硬質炭素膜。

【請求項5】 前記高配向熱炭素が、ラマン分光分析において、レーザ波長5145オングストロームを用い、結晶質ダイヤモンドのピークは1332.5 cm⁻¹、その積分強度 (I_d) の積分区間をピーク強度±5 cm⁻¹ とし、高配向でない熱炭素のピーク強度 (I_cp) 1355 cm⁻¹ であり、その積分強度の積分区間を1345~1380 cm⁻¹ とした場合において、I_cp/I_dの比として10以下である請求項1記載の硬質炭素膜。

【請求項6】 ラマン分光分析において、1333 cm⁻¹ ピーク積分強度 (I_d)、積分区間は、ピーク強度±5 cm⁻¹、と熱炭素のピーク強度 (I_cp) 1355 cm⁻¹、積分区間は、ピーク強度±5 cm⁻¹ とした場合、I_cp/I_dの比が5以下である請求項5記載の硬質炭素膜。

【請求項7】 多結晶ダイヤモンドのラマン分光分析において、レーザ波長5145オングストロームを用いて測定した際の、1332.5 cm⁻¹ 近傍のピークのFWHMが5~15 cm⁻¹ である請求項1記載の硬質炭素膜。

【請求項8】 前記硬質炭素の熱伝導率が、2 W/cm K以上、15 W/cm K以下である請求項1記載の硬質炭素膜。

【請求項9】 基材と、該基材上に配置された請求項1記載の硬質炭素膜と、該硬質炭素膜上に配置された圧電膜とを少なくとも含むことを特徴とする硬質炭素基板。

【請求項10】 前記圧電体がZnO、LiNbO₃、LiTaO₃、またはKNbO₃からなる請求項9記載の硬質炭素基板。

【請求項11】 前記基材がSiからなる請求項9記載の硬質炭素基板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、結晶質ダイヤモン

ドと、硬質炭素とを共に含む硬質炭素膜、およびこのような硬質炭素膜を基材上に設けてなる硬質炭素基板に関する。

【0002】 本発明の硬質炭素膜ないし硬質炭素基板は、電子部品・電子材料一般に (例えば安価タイプのレーザーマウント用のヒートシンクとして) 広く使用可能であるが、特にSAW (表面弾性波) デバイス用の基材として好適に使用可能である。

【0003】

【従来の技術】 従来より、SAW基板用の材料としては、LNO (リチウムナイオベイト)、LTO (リチウムタンタネイト)、水晶、サファイヤ、ZnO等が使用されている。また、ヒートシンク用の材料としては、単結晶ダイヤモンド、C-BN、AlN、Cu、Al等が使用されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 SAW用材料においては、従来の材料 (例えば、水晶) を用いて高周波用のSAWフィルタを作製しようとする、1 μm以下、特にサブμm以下の微細配線技術が必要であるため、歩留りの低下 (配線の断線、ショートに起因する) が大きな問題となる。更には、このような微細配線技術を実施するためには、大規模なクリーンルームの整備等が必要となり、必然的に多額の投資も必要となる。

【0005】 また、結晶性が高いダイヤモンドは、(111) (100) の結晶ファセット (facet) が突き出した凸凹が形成され易いため、表面の平滑性を得るための研磨が非常に困難となる。また、このようなダイヤモンドは、粒径が5 μm以上と大きくなり易く、該ダイヤモンド表面に高周波デバイスを作製した場合には、該粒径が伝搬損失の原因となる。

【0006】 1.0 GHz以上圧電体/ダイヤモンドの積層構造を有するSAW素子では周波数は満足したが、伝播ロスが大きいためフィルタの損失が大きい課題がある。波長が短くなるため圧電体表面のミクロな凹凸が伝播ロスに大きく影響していることが原因と考えられる。特に、ダイヤモンドは物質中最高の堅さを持つため、非常に平坦な膜を得ることが困難である。

【0007】 また、ダイヤモンドと同等の音速をもつダイヤモンド・ライクカーボン (ダイヤモンド状炭素) は平坦な膜を得ることが容易であるが、圧電体を形成時、カーボン部分が真空中に蒸発するなど、デバイスの形成が困難であった。

【0008】 他方、ヒートシンク用途としては、超高压単結晶ダイヤモンド等のコストが高く、また高い熱伝導率もオーバースペックとなることが多いため、適度な熱伝導率を有する安価 (ないし製造容易) なヒートシンクが求められてきた。

【0009】 しかしながら、結晶性の高いダイヤモンドを気相合成する場合には、成長速度が過度に遅くなる傾

向が避けがたい。他方、結晶性が過度に悪いダイヤモンドを用いた場合には、正常なダイヤモンドに比べて大幅に低下したヤング率しか得られない。

【0010】本発明の目的は、上記した従来技術の欠点を解消した硬質炭素膜ないし硬質炭素基板を提供することにある。

【0011】本発明の他の目的は、デバイスの重要な特性に実質的に影響を与える程度には品質を低下させることなく、しかも製造容易（ないし低製造コスト）な硬質炭素膜ないし硬質炭素基板を提供することにある。

【0012】本発明の更に他の目的は、SAWデバイス基材とした場合に、伝搬損失が低い硬質炭素膜ないし硬質炭素基板を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明者は鋭意研究の結果、X線回折において結晶質ダイヤモンドに対応するピークを与え、しかも特定のラマン分光特性を示す硬質炭素膜を形成することが、上記目的の達成に極めて効果的であることを見出した。

【0014】本発明では、硬質膜の大部分がダイヤモンドであり、一部、高配向熱分解炭素を含むことを特徴としている。このため、硬質膜形成後、従来方法の研磨により、容易に凹凸が1nm以下の平坦性を持つ膜が得られる。また、カーボンがあっても、このカーボンはアモルファスではなく、高配向熱分解炭素であること、含有量がラマン分光測定で調べたときの割合が20%以下と少ないこともあり、ダイヤモンドとほぼ同等の音速度を持つことを特徴としている。

【0015】本発明の硬質炭素膜は上記知見に基づくものであり、より詳しくは、結晶質ダイヤモンドと、硬質炭素とを少なくとも含む硬質炭素膜であって；X線回折において結晶質ダイヤモンドに対応するピークを与え；且つ、ラマン分光分析において 1333 cm^{-1} 付近のピーク強度（ I_d ）に対する、その他 sp^2 構造に対応するピーク強度の積分値の強度比（ I_c ）の強度比（ I_d/I_c ）が1以下であることを特徴とするものである。

【0016】本発明によれば、更に、基材と；該基材上に配置された硬質炭素膜とを少なくとも含む硬質炭素基板であって；前記硬質炭素膜が、結晶質ダイヤモンドと、硬質炭素とを少なくとも含み；X線回折において結晶質ダイヤモンドに対応するピークを与え；且つ、ラマン分光分析において 1333 cm^{-1} 付近のピーク強度（ I_d ）に対する、その他 sp^2 構造に対応するピーク強度の積分値の強度比（ I_c ）の強度比（ I_c/I_d ）が4～6であることを特徴とする硬質炭素基板が提供される。

【0017】本発明の硬質炭素膜は、X線回折においては結晶質ダイヤモンドピークを与え、しかもラマン分光においては比較的に低い（ I_c/I_d が1以下の） 1333 cm^{-1} のダイヤモンド・ピークしか与えない構造を

有している。

【0018】本発明者の知見によれば、上述したX線回折特性およびラマン分光特性を有する本発明の硬質炭素膜は、単純な非晶質（アモルファス）炭素ではなく、結晶性炭素または高配向熱炭素の非ダイヤモンド炭素成分が多く含まれ、しかもその中にダイヤモンドの結晶微粒子が広く分散したコンポジット構造（すなわちアモルファス硬質炭素からなるマトリックス中に、微粒状ダイヤモンドが分散した構造）を有していると推定される。

【0019】更に、本発明者の知見によれば、上述したように適度な量比のグラファイトを含む本発明の硬質炭素膜は、該炭素膜の研磨により、極めて平坦な鏡面を形成し易いことが見出されている。

【0020】また、通常のアモルファス炭素には水素結合を有するものが多く含まれるが、本発明の硬質炭素膜をSAWデバイス用の基板の構成要素として用いた場合には、該硬質炭素膜の表面硬度を実質的に低下させることなく、SAW伝搬速度の低下を防ぐことが可能となる。

【0021】

【発明の実施の形態】以下、必要に応じて図面を参照しつつ本発明を更に具体的に説明する。以下の記載において量比を表す「部」および「%」は、特に断らない限り「モル」基準（すなわち、モル比、モル%）とする。

【0022】（硬質炭素膜）本発明の硬質炭素膜を基材上に配置してなる硬質炭素基板の一態様を、図1の模式断面図に示す。図1を参照して、該硬質炭素基板1は、（半導体材料等からなる）基材2と、該基材2上に配置された硬質炭素膜3とからなる。

【0023】（基材）その上に、上記硬質炭素膜3を配置可能である限り、基材2の材質（金属、半導体、等）、厚さ、表面状態（粗面度等）は、特に制限されない。電子的デバイスを容易に作製可能な点からは、Si、SiC、GaAs、AlN等の半導体材料が好適に使用可能である。また、Moやステンレス等の金属も使用可能である。

【0024】Siを基材2材料として用いる場合、該Si基材の面方位は、（100）、（110）、ないし（111）であることが好ましい。中でも、へき開拓面が容易に得られる点からは、（100）が特に好ましい。

【0025】（硬質炭素膜）上記基材2上に、必要に応じて配置される硬質炭素膜3（本発明の硬質炭素膜）は、そのラマン分光による分析において 1333 cm^{-1} 付近のピーク強度（ I_d ）に対する、その他 sp^2 構造によるピーク強度の積分値の強度比（ I_c ）の強度比（ I_d/I_c ）が1以下の硬質炭素膜である。

【0026】（結晶質ダイヤモンド・ピーク）本発明の硬質炭素膜3は、そのX線回折において結晶質ダイヤモンドに対応するピークを与える。このようなX線回折ス

ペクトルの一例を図2のグラフに示す。

【0027】このX線回折においては、下記の条件が好適に使用可能である。

【0028】＜X線回折の条件＞

X線管：回転対陰極X線管

X線回折装置：リガク社製、商品名：RINT-1500

ターゲット：Cuターゲット

管電圧：50kV

管電流：32mA

上記条件の下に、 $2\theta-\theta$ 法で 25° から 145° まで測定し、ダイヤモンドの(111)、(220)、(311)、(400)、および(331)に対応するピークの有無および強度をチェックする。

【0029】(ダイヤモンド・ピークの有無) 上記した各ダイヤモンド・ピークについては、上記分析で得られたX線回折スペクトルにおけるバックグラウンドを基準(強度=10)とした相対値で各ダイヤモンド・ピーク強度を表した場合に、いずれかのピーク強度が10000以上であった場合に、「ダイヤモンド・ピークあり」と判定する。

【0030】これらのピークのベースラインがX軸に平行でない場合には、該ピークの両端を結ぶ直線の midpoint から、該ピークの頂点までの距離をもって、「ピーク強度」とする。

【0031】(ラマン分光) 本発明の硬質炭素膜3は、そのラマン分光による分析において 1333 cm^{-1} 付近のピーク強度(I_d)に対する、その他sp²構造によるピーク強度の積分値の強度比(I_c)の強度比(I_d/I_c)が1以下である。この強度比(I_d/I_c)は、デバイスを作製した際の伝搬ロスの点からは1~0.01であることが好ましい。このようなラマン分光スペクトルの一例を、図3のグラフ(ラマン分光によるグラファイト成分の定義(1))に示す。

【0032】図3を参照して、全ての種類のグラファイトのラマンスペクトルでは、一般に、 1580 cm^{-1} にピークが出現するが多い。本発明においては、このようなグラファイトの特性を利用して、I_{c1}に対応する積分範囲($1530\sim1600\text{ cm}^{-1}$)と、I_dに対応する積分範囲($1334\pm5\text{ cm}^{-1}$)の比(I_d/I_{c1})により(ダイヤモンド/グラファイト)比率を定義することができる。

【0033】この図3のグラフにおいて、I_{c1}/I_dが4~6であることは、グラファイトがある程度、含まれることを意味している。(ダイヤモンド/グラファイト)比率I_{c1}/I_dが上記範囲から外れた場合(すなわち、I_{c1}/I_d<4か、あるいは $6<I_{c1}/I_d$ の場合)には、表面弾性波の特性が低下する(特に、伝播損失が大きくなる)傾向がある。

【0034】ラマン分光スペクトルの他の例を、図4の

グラフ(ラマン分光によるグラファイト成分の定義(2))に示す。

【0035】図4を参照して、グラファイトの種類のかで、グラッシーカーボンや単なる熱分解炭素等の、比較的低品質のグラファイトでは、 $1340\sim1400\text{ cm}^{-1}$ にピークが出現するが多い。本発明においては、このようなグラファイトの特性を利用して、I_{c2}に対応する積分範囲($1345\sim1380\text{ cm}^{-1}$)と、I_dに対応する積分範囲($1334\pm5\text{ cm}^{-1}$)の比(I_{c1}/I_d)により(ダイヤモンド/グラファイト)比率を定義することができる。

【0036】換言すれば、高配向グラファイトでは $1340\sim1400\text{ cm}^{-1}$ にピークが出現しない場合、該(伝播損失の低い膜の)グラファイトは、高配向グラファイトと判断できることとなる。

【0037】グラファイト成分のラマンスペクトラムから計算されるラマン線の相対強度は、ダイヤモンド成分の相対強度の約60倍である。従って、グラファイトとダイヤモンドのラマンの相対強度比が4~6である場合には、その割合は6.6~10%である。測定の誤差を見越すと、およそ5~20%のグラファイトが含まれる計算になる。

【0038】上記ラマン分光分析においては、下記の条件が好適に使用可能である。

【0039】＜ラマン分光分析の条件＞

分析手法：ラマン分光散乱法

ラマン分光装置：ジパイク社製、商品名：ディロール

光源：波長514.5nmのアルゴンレーザー

出力：80mW×10倍(顕微ラマン分光法)

フォーカス：硬質炭素膜の表面に合わせる。

【0040】(面粗度) 本発明の硬質炭素膜を構成する硬質炭素膜においては、断線歩留まりの点からは、その表面の面粗度(表面凸凹)が、10nm以下であることが好ましい。

【0041】本発明において、上記「面粗度」としては、JIS B-0601に規定されるR_aを用いる。この面粗度R_aは、以下の方法で好適に測定可能である。

【0042】＜面粗度の測定方法＞中心線平均粗さ測定器にて、測定長さ10μmを抜き取り、断面曲線を中心線から折り返し、その粗さ曲線と中心線とによって得られた面積を、測定長さ10μmで割った値を(μm)で表す。

【0043】(粒界) 本発明の硬質炭素膜を構成する上記硬質炭素膜3は、SAWデバイスを作製した場合の伝搬ロスの点からは、3μm以下の粒界で形成されていることが好ましい。この粒界は5~0.001μmであることが好ましく、更には1~0.01μmであることが好ましい。

【0044】本発明において、この粒界は、下記の方法

により好適に測定可能である。

【0045】<粒界の測定方法> 10mm×10mm×0.3mmの大きさを有する(硬質炭素膜1の)サンプルを作製し、大気中700℃、1時間のアニール処理を行った後、SEM(走査型電子顕微鏡)倍率5000倍で硬質炭素膜3の表面を観察し、粒界の大きさを測定する。

【0046】(硬質炭素中の不純物)本発明においては、ダイヤモンドとして十分なヤング率が得られるようにする点からは、上記硬質炭素膜を構成する硬質炭素中の不純物が、1000ppm以下であることが望ましい。

【0047】本発明において、この不純物量は、例えば、以下の方法により好適に測定可能である。

【0048】<不純物量の測定方法>公知のSIMS法(Secondary Ion Mass Spectrometry; 二次イオン質量分析法)により測定する。

【0049】本発明において、H不純物量は、例えば、FT-IR法(フーリエ変換赤外分光法)により好適に測定可能である。

【0050】(熱伝導率)本発明においては、素子化した後の放熱特性の点からは、上記硬質炭素膜を構成する硬質炭素の熱伝導率が、2~15W/cmKであることが好ましい。

【0051】本発明において、この熱伝導率は、例えば、公知のレーザーフラッシュ法により好適に測定可能である。

【0052】本発明において、硬質炭素膜の成長方法は、特に制限されない。より具体的には例えば、該成長方法として、CVD(化学的気相成長)法、マイクロ波プラズマCVD法、プラズマジェット法、火炎法および熱フィラメント法等の公知の方法が使用可能である。

【0053】(圧電体層)本発明においては、必要に応じて、図5の模式断面図に示すように、上記硬質炭素膜3上に、更に圧電膜4が形成されていてもよい。このような圧電体層としては、ZnO、LiNbO₃、LiTaO₃、水晶等の公知の圧電体を特に制限なく使用することが可能である。

【0054】この圧電体層4の厚さは、該層を構成する圧電体の種類および/又は目的とするSAW素子の特性(中心周波数、比帯域幅、温度特性等)に応じて、適宜選択することができる。

【0055】上記圧電体層4の成膜方法は、特に制限されない。より具体的には例えば、該成膜方法として、CVD(化学的気相成長)法、マイクロ波プラズマCVD法、PVD(物理的気相成長)法、スパッタリング法、イオンプレーティング法等の公知の方法を、特に制限なく使用することができる。均一性、量産性ないし圧電特性の点からは、スパッタリング法(特にRFマグネトロン・スパッタリング法)が好ましく用いられる。

【0056】(SAW素子の態様)図5に、本発明におけるSAW素子5の層構成例の部分模式断面図を示す。

【0057】図6を参照して、この態様においては、図5の態様の硬質炭素基板1上に、更に電極5を配置してなる。

【0058】以下、実施例により本発明を更に具体的に説明する。

【0059】

【実施例】実施例1

図7に模式断面図を示す概略構成を有するフィラメントCVD(化学的気相成長)法を用いて、厚さ350μmのSi基材の(100)面上に、厚さ30μmの硬質炭素膜(多結晶ダイヤモンドを含む)を形成した。この際に用いたCVD条件は、条件は以下の通りであった。

【0060】<フィラメントCVD条件>

フィラメントW-Siウエハ間の距離: 50mm
圧力: 10torr(ベルジャー内は、真空ポンプにより減圧に保った。減圧は、約10~200torrの範囲とした。)

CH₄: 50 SCCM

H₂: 1000 SCCM(メタン・水素ガスを導入、メタンは、水素ガスの約1~5%とした。)

フィラメント温度: 2100℃前後(この温度が得られるように、フィラメント電源を調整した。)

基板温度: 750℃前後(この温度が得られるように、冷却水温度を調整した。)

上記により得られた硬質炭素膜の表面をSEM(走査型電子顕微鏡、倍率: 3000倍)で観察したところ、粒径は数十μmであった。更に、この硬質炭素膜をX線回折(Cu管球、θ-2θ法スキャン)したところ、43.8°ダイヤモンド(111)、75.8°ダイヤモンド(220)、90.8°ダイヤモンド(311)、119.7°ダイヤモンド(400)、および140.8°ダイヤモンド(331)の各ピークが認められた。

【0061】Arレーザーを用いたラマン分光スペクトルクルトルでは、1333cm⁻¹に比較的低いピーク(強度: Id)が認められたが、1530cm⁻¹~1650cm⁻¹(Ic)にブロードなピークがあり、積分強度比は(Ic1/Id)=5であった。また、Ic2/Idは、2.0であった。

【0062】上記により得た硬質炭素膜の表面を、天然ダイヤモンド砥粒からなる砥石(砥粒の粒度#200)を用いて研磨し、表面の凸凹を20nm(Ra)に仕上げた。

【0063】1. 圧電体膜の形成

試料A、試料B(ダイヤモンド膜/Si基板)上に、下記の条件でRFスパッタリングにより1050nm厚みのZnO膜を形成した。

【0064】

(ZnO圧電膜形成条件)

基板	ダイヤモンド/Siウエハ	試料A	試料B
ターゲット	ZnOの焼結体		
RFパワー	500W (周波数13.56MHz)		
反応ガス	種類 Ar+酸素 Ar:O ₂ =1:1		
	流量 50sccm		
ガス圧力	20.0Pa (152mTorr)		
成膜温度 (基板温度)	150℃		
成膜速度	5nm/min		
膜厚	1050nm (1.05μm)		

このようにして、ZnO/ダイヤモンド/Siの複合体を得た。

ZnO膜の上に、さらに電極にするための80nm厚みのAl膜をDCスパッタリング法によって形成した。

【0065】2. Al膜の形成

【0066】

(Al膜形成条件)

DCスパッタリングパワー	1.0kW
反応ガス	アルゴンガス 50sccm
ガス圧力	1.0Pa (7.6mTorr)
成膜温度 (基板温度)	室温
アルミ膜厚	80nm

これによって、Al/ZnO/ダイヤモンド/Siの複合体が得られた。

アルミ膜をフォトリソグラフィによって一部を除去して、下記のパラメータを有する櫛形電極を作製した。

【0067】3. 櫛形電極の作製

【0068】

(櫛形電極のパラメータ)

電極幅	0.8μm (中心周波数 1.75GHz)
電極数	40対ダブル電極 (正規型)
電極交差幅	50×波長 (波長は電極幅の8倍 λ=6.4μm)
入出力電極中心間距離	50×波長

上記したようなAl電極/ZnO層/ダイヤモンド層/Si基板複合体の形成過程を、図8(a)~(e)の模式断面図に示す。

【0069】図9に電極パターンを示す。図9を参照して、電極細片が2つずつならび、細片4つで1波長になり、空白部も電極細片と同じ幅であるので、電極幅の8倍が波長になる。素子の左右に電極対がある。片側の電極対に数が40対ということである。こうして図8

(e)に示したような表面弾性波素子(SAW)を作製できた。

【0070】ベクトルネットワークアナライザ(HP8753c)を使って、伝送損失や変換損失などを測定した。一方の電極間に1GHz~2GHzの高周波を加えて、その電極でのパワーと、反対側の電極間に現れるパワーを測定してSパラメータを求めた。S₁₁は、電極1に電力を入力したときに電極1に出てくる反射電力を表す。S₂₂は、電極2に電力を入力したとき同じ電極2に出る反射電力を示す。S₂₁、S₁₂は、電極2または1に高周波を入れた時に、反対側の電極1又は2から出る電力を示す。つまり伝達電力を与える。

【0071】図10がS₁₂を与える。横軸は周波数(GHz)である。縦軸は電極2に到達した信号の電力でdBで表現している。1.78GHzで伝達パワーが

ピーク(-8.2dB)を示す。これは電極によって波長λが決まり、ダイヤモンドであることから弾性表面波の速度Vが決まっているから、通過できる周波数f=V/λは初めから決まっている。これが1.78GHzである。この周波数の時に伝達パワーは-8.2dBである。しかしこれは電極での抵抗損失、双方向に信号が広がることによる損失、変換損失などの全てを含むものである。伝搬損失は、総損失8.2dBからこれらの損失を差し引いたものである。

【0072】抵抗損失は、Alが厚み80nm、幅0.8μmであることから計算できて1.0dBである。双方向に出て電力が半分になる双方向損失は6dBである。図11はS₁₁を、図12はS₂₂を示す。変換損失はS₁₁、S₂₂の1.78GHz以外の平坦な部分の損失(0.3dB)からわかる。この損失は両方の電極で起こるので、0.6dBである。これらの電極での損失の合計は7.6dBであるから、8.2dBからこれを差し引いて、伝搬損失は実に0.6dBに過ぎないという事が分かる。

【0073】これは両側の電極間を伝搬する途中での損失であるが、両側の電極の中心間の距離は50波長である。波長当たりの損失は0.6dBを50で割って、0.012dB/波長となる。これは1.8GHzとい

う高い周波数にしては優れて小さな値である。本発明の表面弾性波素子が優れている事が良く分かる。

【0074】実施例2

上述した(図3;定義1) I_{c1} に対応する積分範囲($1530 \sim 1600 \text{ cm}^{-1}$)と、 I_d に対応する積分範囲($1334 \pm 5 \text{ cm}^{-1}$)の比(I_{c1}/I_d)を変化させた以外は実施例1と同様にして、 I_{c1}/I_d 積分比率と、伝搬ロスとの関係を求めた。

【0075】結果を図13のグラフに示す。

【0076】実施例3

上述した(図4;定義2) I_{c2} に対応する積分範囲($1345 \sim 1380 \text{ cm}^{-1}$)と、 I_d に対応する積分範囲($1334 \pm 5 \text{ cm}^{-1}$)の比(I_{c1}/I_d)を変

化させた以外は実施例1と同様にして、 I_{c2}/I_d 積分比率と、伝搬ロスとの関係を求めた。

【0077】結果を図14のグラフに示す。

【0078】実施例4

グラファイトを含む割合を変更するため、フィラメントCVD法により、ダイヤモンド合成条件、特に、メタン濃度の水素に対する割合を1~5%と変化させ、6枚の基板を得た。各基板のダイヤモンド膜厚は20 μm 以上あり、十分に素子作製可能な基板であった。詳細な条件は、別紙表1の通りであった。

【0079】

【表1】

基板番号	メタン流量 (sccm)	水素流量 (sccm)	基板温度 ($^{\circ}\text{C}$)	合成時間 (時間)
1	5	1000	740	35
2	10	1000	750	33
3	15	1000	760	30
4	20	1000	765	25
5	30	1000	770	23
6	40	1000	774	23

【0080】更に、実施例2と実施例3に従い、ラマン分光による測定ラマンスペクトラムから I_{c1}/I_d 、 I_{c2}/I_d を計算した。また、伝播損失を求めるため、実施例1と同様にZnOの圧電体、Al電極を形成し、SAWフィルタを作製し、伝播損失を求めた。その結果、図13、図14、図15の結果が得られた。 I_{c1}/I_d の最適値が4~6、 I_{c2}/I_d の最適値が3以下であるという結果が得られた。このラマン測定の結果は、伝播損失の小さい膜は単純なグラファイトを含むのではなく、 I_{c2}/I_d が小さいことから、高配向グラファイト膜であることが判明した。

【0081】

【発明の効果】上述したように本発明によれば、ラマン分光分析において、レーザ波長5145Åを使い、結晶質ダイヤモンドのピークは 1332.5 cm^{-1} 、その積分強度(I_d)の積分区間をピーク強度 $\pm 5 \text{ cm}^{-1}$ とし、熱分解炭素のピーク強度(I_c) 1581 cm^{-1} であり、その積分強度の積分区間を $1530 \sim 1600 \text{ cm}^{-1}$ とした場合において、 I_c/I_d の比が、4~6であることを特徴とする硬質炭素膜が提供される。

【0082】本発明によれば、更に、ラマン分光分析において、レーザ波長5145Åを使い、結晶質ダイヤモンドのピークは 1332.5 cm^{-1} 、その積分強度(I_d)の積分区間をピーク強度 $\pm 5 \text{ cm}^{-1}$ とし、高配向でない熱分解炭素のピーク強度(I_{cp}) 1355 cm^{-1} であり、その積分強度の積分区間を $1345 \sim 1380 \text{ cm}^{-1}$ とした場合において、 I_{cp}/I_d の比が、3以下であることを特徴とする硬質炭素膜が提供される。

【0083】本発明によれば、更に、これらのラマン分

光分析において、レーザ波長5145Åを使い、結晶質ダイヤモンドのピーク(1332.5 cm^{-1})のFWHMは 8 cm^{-1} 以上であることを特徴とする硬質炭素膜が提供される。

【0084】上述したように本発明によれば、デバイスの重要な特性に実質的に影響を与える程度には品質を低下させることなく、しかも製造容易(ないし低製造コスト)な硬質炭素膜が提供される。この硬質炭素膜は、特にSAWデバイス基材とした場合に、伝搬損失が低いという優れた特徴を有する。

【図面の簡単な説明】

【図1】基材2上に、本発明の硬質炭素膜3を設けてなる硬質炭素基板1の基本的な一態様を示す模式断面図である。

【図2】本発明の硬質炭素膜をX線回折して得られるスペクトルの一例を示すグラフである。

【図3】本発明の硬質炭素膜をラマン分析して得られるスペクトルの一例を示すグラフである。

【図4】本発明の硬質炭素膜をラマン分析して得られるスペクトルの他の例を示すグラフである。

【図5】図1の態様の硬質炭素膜3上に、更に圧電体膜4を設けてなる本発明の硬質炭素基板1の他の態様を示す模式断面図である。

【図6】図4の態様の硬質炭素基板1上に、更に電極5を設けてなる本発明の硬質炭素基板1の他の態様を示す模式断面図である。

【図7】実施例1において用いたフィラメントCVD装置の概要を示す模式断面図である。

【図8】実施例で作製したAl電極/ZnO層/ダイヤ

モンド層/Si基板複合体の形成過程を示す模式断面図である。

【図9】実施例で作製した電極のパターンを示す模式図である。

【図10】S12を与えるグラフである。

【図11】S11を与えるグラフである。

【図12】S22を与えるグラフである。

【図13】カーボン/ダイヤモンド積分比率(I_{c1}/I_d ; 定義1)と、伝搬ロスとの関係を示すグラフである。

る。

【図14】カーボン/ダイヤモンド積分比率(I_{c2}/I_d ; 定義2)と、伝搬ロスとの関係を示すグラフである。

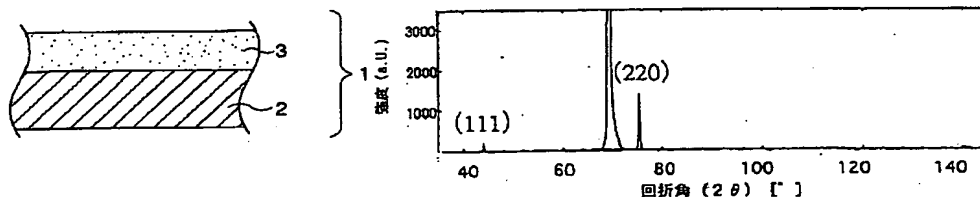
【図15】ダイヤモンド・ピークの半値幅(FWHM)と、伝搬ロスとの関係を示すグラフである。

【符号の説明】

1…硬質炭素基板、2…基材、3…硬質炭素膜、4…圧電体層、5…電極。

【図1】

【図2】



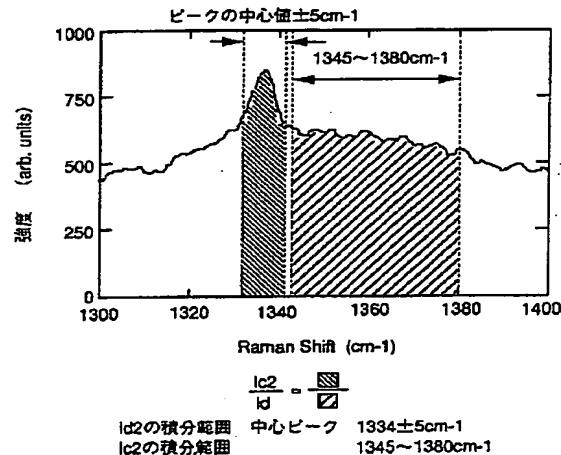
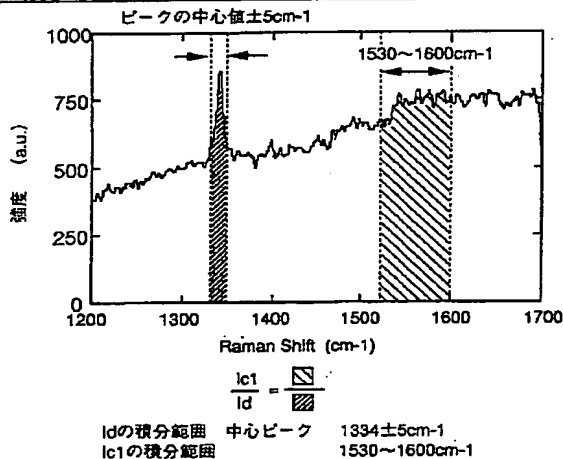
X線回折測定結果

【図3】

【図4】

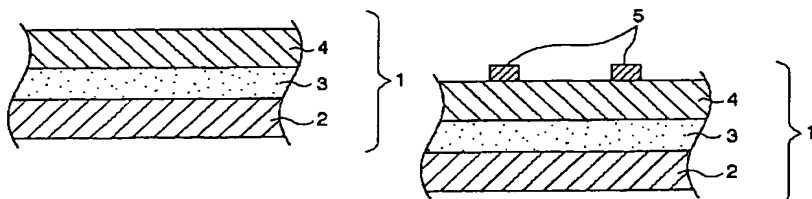
ラマン分光によるグラファイト成分の定義(1)

ラマン分光によるグラファイト成分の定義(2)

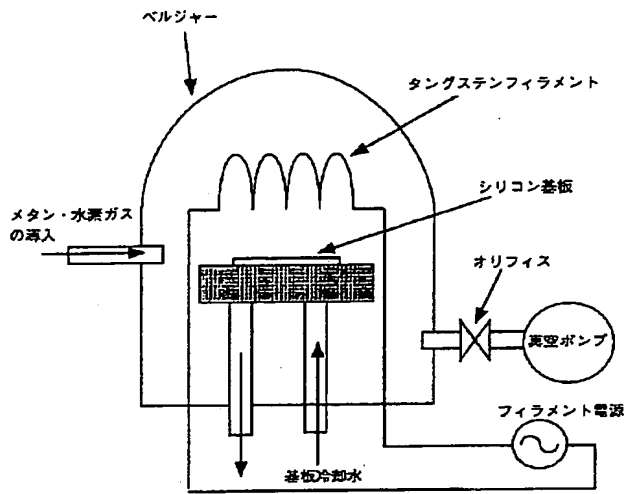


【図5】

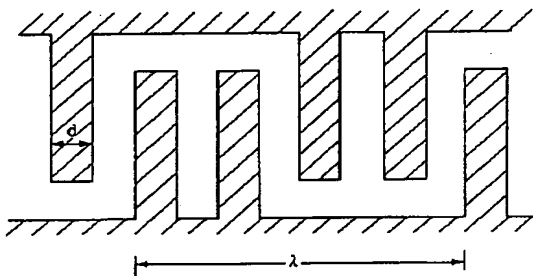
【図6】



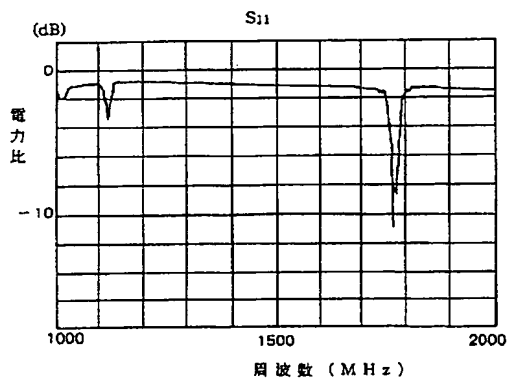
【図 7】



【図 9】



【図 11】

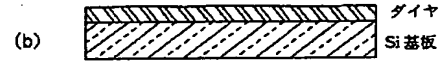


【図 8】

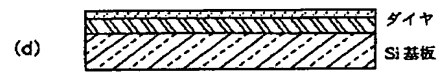
マイクロ波プラズマCVDによるダイヤモンド合成



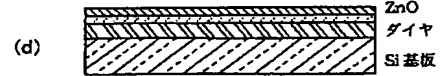
電容砥石によるダイヤモンドの平坦化



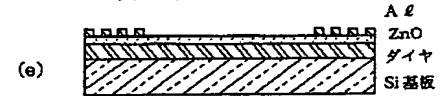
スパッタリング装置による ZnO 成膜



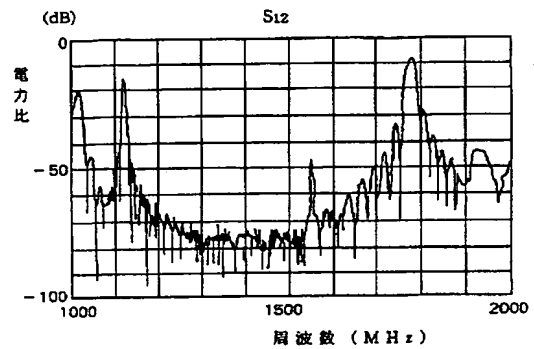
スパッタリング装置による Al 成膜



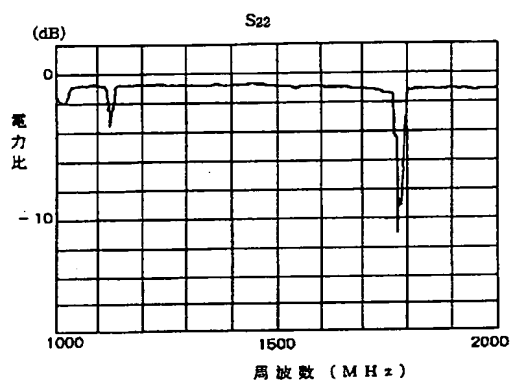
フォトリソグラフィによる電極形成



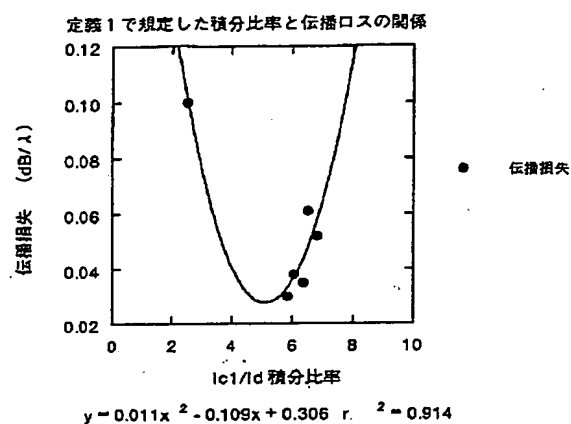
【図 10】



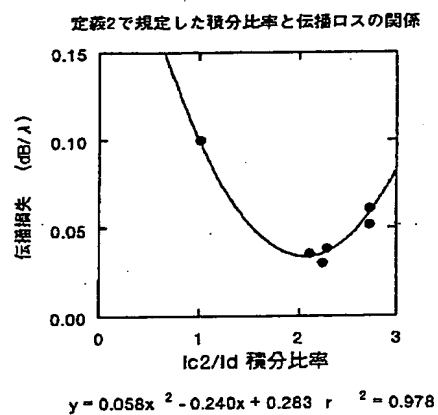
【図12】



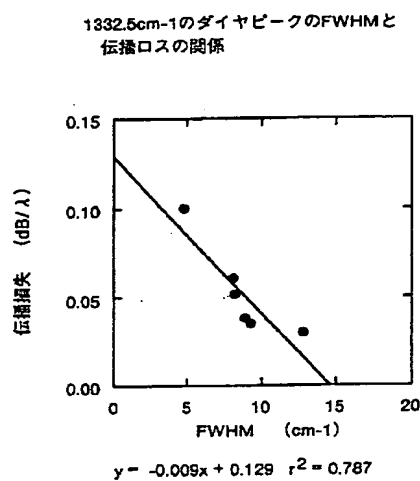
【図13】



【図14】



【図15】



フロントページの続き

(72)発明者 檜垣 賢次郎
 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
 電気工業株式会社伊丹製作所内
 (72)発明者 中嶋 英章
 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
 電気工業株式会社伊丹製作所内

(72)発明者 吉田 健太郎
 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
 電気工業株式会社伊丹製作所内
 (72)発明者 鹿田 真一
 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
 電気工業株式会社伊丹製作所内